

Verfahren zum Aufschmelzen von gefrorenen, wasserhaltigen Produkten

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufschmelzen von gefrorenen, wasserhaltigen Produkten, insbesondere von proteinhaltigen Produkten, unter Verwendung eines Mischers mit horizontalen Einbauten.

- 5 Das Verfahren ist geeignet zum schonenden Aufschmelzen von Eis auf Wasserbasis, das insbesondere sowohl mechanisch als auch thermisch empfindliche Substanzen enthält.

Vor allem biologische Produkte, die nur in Kleinmengen produziert werden können, müssen vor einer Weiterverarbeitung zwischengelagert werden. Dies geschieht üblicherweise durch Tiefkühlen, um die Qualität des Produktes während des Lagerns zu erhalten. Das kontrollierte
10 Auftauen der Produkte dient nicht zuletzt dem Zweck der Vereinheitlichung der Produkteigenschaften, die gerade bei biologischen Produkten von Charge zu Charge stark variieren können. Zur Erzielung einer kleinen Schwankungsbreite der Produkteigenschaften müssen häufig mehrere 100 bis zu einigen 1000 Chargen gemeinsam aufgetaut und miteinander vermischt werden.

Dies geschieht häufig in vertikalen Rührbehältern mit Mantelheizung, weil bei einem Antrieb des
15 Rührwerks von oben so keine Dichtung von Produkt berührt ist. Die Eisstücke werden aus den Lagerbehältern entnommen und dem Rührbehälter zugeführt. Ein Zerkleinern der Eisstücke ist aus hygienischen Gründen oft nicht ratsam. Häufig sind auch keinerlei Zusätze erforderlich oder sogar zulässig, so dass der Aufschmelzprozess im Rührbehälter anfangs ohne flüssige Phase stattfindet. Die Eisstücke werden vom Rührorgan in Rotation versetzt und gleiten an der beheizten
20 Behälterwand entlang. Die geschmolzenen Anteile sammeln sich am Boden des Behälters. Wegen der Größe der Eisstücke im Verhältnis zum Innendurchmesser des Rührbehälters - das Verhältnis zwischen Kantenlänge und Durchmesser kann 1/10 auch überschreiten - ist der Einbau von Stromstörern nicht ratsam. Es bestünde hierbei die Gefahr des Verkantens der Eisstücke mit der Folge des mechanischen Versagens des Rührers.

25 Aus diesem Grunde und zur Intensivierung des Wärmeübergangs über die Wand werden gewöhnlich wandgängige Rührer, zum Beispiel Wendelrührer eingesetzt. Aufgrund der geringen Reibung zwischen Wassereis und Behälterwand durch Bildung eines Wasserfilms und der Wandgängigkeit der eingesetzten Rührer kommt es nicht zu einer Vermischung der Eisstücke untereinander. In extremen Fällen kann es aber sogar dazu kommen, dass an den Außenflächen
30 bereits vorher angetaute Eisstücke, die innen noch tiefgefroren sind, zusammenfrieren und eine mit dem Rührorgan mitrotierende zusammenhängende Masse ohne jegliche Relativbewegung bilden. An der Wand schmelzen die die Wand berührenden Eisstücke ab, bis sich ein einige Millimeter breiter Luftspalt gebildet hat. Neue Kontaktflächen werden bei dieser Verfahrensweise kaum

gebildet, so dass der Auftauprozess länger dauert. Währenddessen werden die bereits aufgetauten Anteile über lange Zeit einem hohen thermischen Stress ausgesetzt, was die Produkteigenschaften in unerwünschter Weise beeinflussen kann.

5 In jedem Falle schwimmen die Eisstücke aufgrund ihrer niedrigeren Dichte im Vergleich zum geschmolzenen Gut an der Oberfläche auf. Die schon erwähnte geringe Wandreibung führt dazu, dass der für eine axiale Förderung erforderliche Impulsstrom nicht eingetragen werden kann. Eine Zweiteilung aus geschmolzenem Anteil im unteren Bereich und noch festen, mit dem Rührorgan mitrotierenden Eisstücken im oberen Bereich ist die Folge. Der Wärmeaustausch zwischen diesen beiden Bereichen ist durch die fehlende axiale Förderung der Eistücke behindert, was zur Folge
10 hat, dass das geschmolzene Produkt über einen langen Zeitraum einem hohen thermischen Stress ausgesetzt wird.

Aufgabe der Erfindung war es, den Aufschmelzprozess mechanisch und thermisch instabiler Substanzen in wässrigen Lösungen zu beschleunigen und mechanischen und thermischen Stress möglichst zu vermeiden. Dabei war besonders darauf zu achten, dass bei hoher Raum-Zeit-
15 Ausbeute bei niedrigem spezifischen Leistungseintrag durch kleine Rührerdrehzahlen trotzdem lokale Überhitzungen durch Separation von fester und flüssiger Phase vermieden werden.

Die Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren, welches durch den Einsatz eines Horizontalmischers die Separation der beiden Phasen verhindert, indem die Rührelemente nun keine Rotation um eine vertikale Achse ausführen, sondern eine vertikale Vermischung ermöglichen.

20 Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum Auftauen von gefrorenen, wasserhaltigen Produkten, insbesondere proteinhaltigen Produkten, durch Einbringen des gefrorenen Produktes in einen Horizontalmischer, Heizen des Mixers und gleichzeitig intensives Umwälzen des Mischersinhaltes, wobei eventuell aufschwimmendes gefrorenes Produkt ständig in die verflüssigte Phase untergetaucht und mit dieser vermischt wird.

25 Bevorzugt ist ein Verfahren, bei dem die Vermischung durch Heizung solange durchgeführt wird, bis das Produkt vollständig aufgeschmolzen ist.

Bevorzugt ist weiterhin ein Verfahren, bei dem dem Horizontalmischer kontinuierlich gefrorenes Produkt zugegeben, die Vermischung und Beheizung kontinuierlich durchgeführt wird und in gleichem Maße aufgetautes Produkt entzogen wird, so dass sich ein stationärer Zustand einstellt.
30 Ein solches kontinuierliches Verfahren hat den Vorteil, dass die Temperaturführung vereinfacht und die Verweilzeit verkürzt und somit die thermische Belastung des Produktes verringert ist.

Horizontalmischer im Sinne der Erfindung ist eine dynamische Mischvorrichtung mit einem Rührwerk (bewegliche Einbauten), dessen Drehachse oder Drehachsen, im Falle von mehreren Rührwellen im Wesentlichen horizontal angeordnet sind. Hierunter wird auch eine Vorrichtung fallen, deren Drehachse der Rührwellen unter einem Winkel von mindestens 45° zur Vertikalen angeordnet ist.

Bevorzugt ist ein Verfahren, bei als Horizontalmischer ein Scheibenmischer, Pflugscharmischer, oder Becker-Mischer verwendet wird.

Weiter bevorzugt ist ein Verfahren, bei dem als Horizontalmischer Mischelemente mit interner Heizung eingesetzt werden.

10 Besonders bevorzugt wird in dem Verfahren ein Horizontalmischer verwendet, der wandgängige Abstreifelemente aufweist, insbesondere ein Mischer mit einem Selbstreinigungsgrad von mindestens 80 %.

Weiter bevorzugt ist ein Verfahren, in dem als wasserhaltiges Produkt proteinhaltige Lösungen und Suspensionen aus natürlichen biologischen Quellen oder aus biologischen Verfahren, besonders bevorzugt Blutplasma, eingesetzt werden.

Besonders bevorzugt wird in dem Verfahren zum Auftauen von Blutplasma oder Blutplasma-
produkten die Temperatur der Mischung während des gesamten Prozesses weniger als 10°C
oberhalb des Schmelzpunktes, bevorzugt weniger als 5°C oberhalb des Schmelzpunktes, gehalten.

Das Verfahren kann sowohl batchweise als auch kontinuierlich durchgeführt werden.

20 Im kontinuierlichen Betrieb wird vollständig geschmolzenes Produkt aus dem Mischer abgezogen und gefrorenes Produkt absatzweise nachgefüllt.

Das kontinuierliche Verfahren vermindert die Verweilzeit der Produkte in der Aufschmelzzone und ist für die Behandlung besonders empfindlicher Produkte besonders geeignet.

Mit der Erfindung wird erreicht, dass einerseits aufgeschwommene Eisstücke aus der Oberfläche
25 der Schmelze nach oben gefördert und durch die Schwerkraft stochastisch an andere Stellen des
Mischers gefördert werden. Andererseits werden sie nach unten in die geschmolzene und sich
aufwärmende Phase gedrückt. Durch die erzwungene vertikale Relativbewegung der gefrorenen
Produkte wird der Wärmeübergang zwischen Gefrorenem und flüssiger Phase wesentlich ver-
bessert. Das führt auch zu höheren Temperaturgradienten an der Wand und damit zu einer
30 insgesamt kürzeren Aufschmelzzeit gegenüber den aus dem Stand der Technik bekannten
Verfahren.

Beispiele

Beispiel 1

Wassereis in Zylinderform mit Volumina von ca. 20 ml wurde in ein zylindrisches Gefäß mit einem Durchmesser von 200 mm und Mantelheizung gefüllt. Die Füllgrade wurden zwischen 40 und 100% variiert. Dabei entsprechen 100% Füllgrad der maximalen Befüllung mit Wassereis im gefrorenem Zustand. Zunächst wurde der Behälter vertikal, dann horizontal betrieben. Die Mischerdrehzahl wurde bei allen Versuchen bei konstant 30 min⁻¹ gehalten. Die Mantelheizung wurde auf jeweils 20 bzw 30°C Wassertemperatur gestellt. Mit einem Temperaturfühler im zylindrischen Gefäß wurde der Auftauvorgang beobachtet. Bei vertikaler Betriebsweise kam es zu ungenügendem vertikalem Austausch zwischen Flüssigkeit und Eis mit der Folge langer Auftauzeiten. Die relevante Auftauzeit wurde durch das Erreichen einer bestimmten Temperatur, gemessen vom Temperaturfühler im zylindrischen Gefäß, bestimmt. Bei horizontaler Betriebsweise wurde durch die vertikale Bewegung der Mischerblätter eine gute Vermischung zwischen bereits getautem Wasser und noch gefrorenem Eis erzielt. Die zur Verfügung stehende Heizfläche war bei vertikalem Betrieb stets größer als bei horizontalem. Bei 40% Füllgrad ließen sich die gemessenen Auftauzeiten halbieren. Bei maximalem Füllgrad wurden die Auftauzeiten um einen Faktor <0,8 gesenkt. Die signifikante Verringerung der Auftauzeit ist die Folge der besseren Durchmischung bei horizontaler Betriebsweise, weil hierdurch der innere Wärmeübergangskoeffizient bei konstanter Temperaturdifferenz erhöht wird und die Verringerung der Wärmeaustauschfläche mehr als kompensiert werden kann.

Beispiel 2

In einem zweiten Versuch wurde gefrorenes humanes Blutplasma in Stücken von ca. 50 ml in denselben Versuchsbehälter gegeben und unter sonst identischen Bedingungen aufgetaut. Die Temperaturkurven zeigten bei Füllgraden von 70% den gleichen signifikanten Effekt der Halbierung der Auftauzeiten. Neben den Temperaturkurven wurde die Aktivität eines Proteins (Faktor VIII), welches während des Auftauprozesses ausfällt, analysiert. Durch die kürzeren Auftauzeiten und den geringeren thermischen Stress durch das homogenere Temperaturfeld im Zylindergefäß ergaben sich bei horizontalem Betrieb Aktivitätssteigerungen von in der Regel 20% und mehr im Vergleich zum vertikalen Betrieb.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Auftauen von gefrorenen, wasserhaltigen Produkten, insbesondere von proteinhaltigen Produkten, durch Einbringen des gefrorenen Produktes in einen Horizontalmischer, Heizen des Mixers und gleichzeitiges intensives Umwälzen des
5 Mischerinhaltes, wobei eventuell aufschwimmendes gefrorenes Produkt ständig in die verflüssigte Phase untergetaucht und mit dieser vermischt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Horizontalmischer ein Scheibenmischer, Pflugscharmischer oder Beckermischer verwendet wird.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass Mischelemente mit
10 interner Heizung eingesetzt werden.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Horizontalmischer wandgängige Abstreifelemente aufweist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das gefrorene Produkt ein proteinhaltiges Produkt aus natürlichen biologischen Quellen oder aus einem
15 biologischen Verfahren ist.
6. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur der Mischung während des gesamten Prozesses weniger als 10°C oberhalb des Schmelzpunktes der Hauptkomponente, bevorzugt weniger als 5°C oberhalb des Schmelzpunktes der Hauptkomponente, gehalten wird.
- 20 7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Horizontalmischer kontinuierlich betrieben wird.

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 B01F15/06 B01F15/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 B01F A23L A23B A61M

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 714 813 A (TRENCHARD ET AL) 22 December 1987 (1987-12-22) abstract; figures 1-3	1,5
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2003, no. 12, 5 December 2003 (2003-12-05) & JP 2003 230355 A (SAKASEGAWA SEISAKUSHO:KK), 19 August 2003 (2003-08-19) abstract; figure 1 ----- -/--	1-7

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- * & * document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

11 February 2005

Date of mailing of the international search report

28/02/2005

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel: (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Muller, G

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 198032 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D15, AN 1980-56439C XP002316561 -& SU 704 643 A (DOMANSKII O V) 25 December 1979 (1979-12-25) abstract; figures</p> <p>-----</p>	1-7
A	<p>US 2002/037345 A1 (HOASHI MASAHIRO ET AL) 28 March 2002 (2002-03-28) paragraph '0006! - paragraph '0028!; figure 1</p> <p>-----</p>	1-7
A	<p>PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 011, no. 150 (C-422), 15 May 1987 (1987-05-15) & JP 61 283338 A (MICHIO WATANABE), 13 December 1986 (1986-12-13) abstract; figure 1</p> <p>-----</p>	1-7
A	<p>US 2003/108655 A1 (ISHIFUNE MITSUO) 12 June 2003 (2003-06-12) paragraph '0030! - paragraph '0038!; figures 1,2</p> <p>-----</p>	1-7

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4714813	A	22-12-1987	AT 41607 T	15-04-1989
			DE 3568947 D1	27-04-1989
			EP 0185697 A1	02-07-1986
			WO 8505560 A1	19-12-1985
			JP 61502240 T	09-10-1986
JP 2003230355	A	19-08-2003	JP 3564105 B2	08-09-2004
SU 704643	A	25-12-1979	SU 704643 A1	25-12-1979
US 2002037345	A1	28-03-2002	JP 9037709 A	10-02-1997
			JP 9037741 A	10-02-1997
			JP 9037742 A	10-02-1997
			GB 2321002 A ,B	15-07-1998
			WO 9704671 A1	13-02-1997
JP 61283338	A	13-12-1986	NONE	
US 2003108655	A1	12-06-2003	AU 6061801 A	03-12-2001
			CN 1430473 T	16-07-2003
			WO 0189309 A1	29-11-2001

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 B01F15/06 B01F15/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 B01F A23L A23B A61M

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 4 714 813 A (TRENCHARD ET AL) 22. Dezember 1987 (1987-12-22) Zusammenfassung; Abbildungen 1-3	1,5
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Bd. 2003, Nr. 12, 5. Dezember 2003 (2003-12-05) & JP 2003 230355 A (SAKASEGAWA SEISAKUSHO:KK), 19. August 2003 (2003-08-19) Zusammenfassung; Abbildung 1 ----- -/-	1-7

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

11. Februar 2005

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

28/02/2005

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Muller, G

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Beitr. Anspruch Nr.
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 198032 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D15, AN 1980-56439C XP002316561 -& SU 704 643 A (DOMANSKII O V) 25. Dezember 1979 (1979-12-25) Zusammenfassung; Abbildungen</p> <p>-----</p>	1-7
A	<p>US 2002/037345 A1 (HOASHI MASAHIRO ET AL) 28. März 2002 (2002-03-28) Absatz '0006! - Absatz '0028!; Abbildung 1</p> <p>-----</p>	1-7
A	<p>PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Bd. 011, Nr. 150 (C-422), 15. Mai 1987 (1987-05-15) & JP 61 283338 A (MICHIO WATANABE), 13. Dezember 1986 (1986-12-13) Zusammenfassung; Abbildung 1</p> <p>-----</p>	1-7
A	<p>US 2003/108655 A1 (ISHIFUNE MITSUO) 12. Juni 2003 (2003-06-12) Absatz '0030! - Absatz '0038!; Abbildungen 1,2</p> <p>-----</p>	1-7

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 4714813	A	22-12-1987	AT 41607 T	15-04-1989
			DE 3568947 D1	27-04-1989
			EP 0185697 A1	02-07-1986
			WO 8505560 A1	19-12-1985
			JP 61502240 T	09-10-1986
JP 2003230355	A	19-08-2003	JP 3564105 B2	08-09-2004
SU 704643	A	25-12-1979	SU 704643 A1	25-12-1979
US 2002037345	A1	28-03-2002	JP 9037709 A	10-02-1997
			JP 9037741 A	10-02-1997
			JP 9037742 A	10-02-1997
			GB 2321002 A ,B	15-07-1998
			WO 9704671 A1	13-02-1997
JP 61283338	A	13-12-1986	KEINE	
US 2003108655	A1	12-06-2003	AU 6061801 A	03-12-2001
			CN 1430473 T	16-07-2003
			WO 0189309 A1	29-11-2001